

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-341942

(43)Date of publication of application : 13.12.1994

(51)Int.Cl. G01N 19/04
G01N 3/00
G01N 29/14

(21)Application number : 05-152614

(71)Applicant : NEC CORP

(22)Date of filing : 01.06.1993

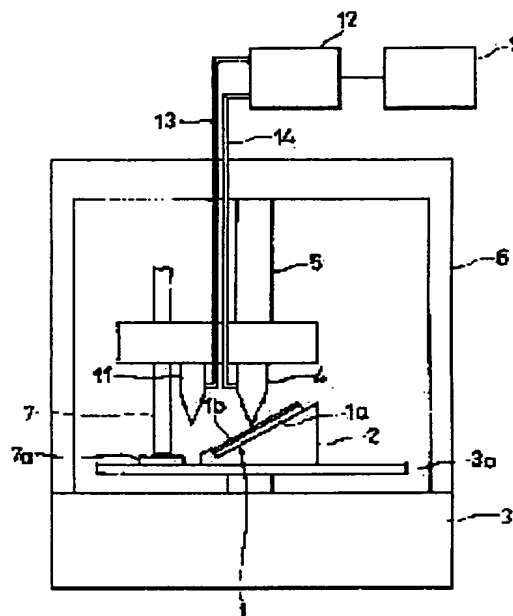
(72)Inventor : KIMURA MASATO

(54) MEASURING METHOD FOR ADHESION OF THIN FILM AND DEVICE THEREFOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To increase measurement accuracy by a device which measures adhesion of a thin film by using AE (acoustic emission) signal.

CONSTITUTION: A second indenter 11 having the same structure as an indenter 4 consisting of an AE sensor which is pressed against a thin film 1b is provided in parallel with the indenter 4 in such a way that it does not touch the thin film 1b. The indenter 4 and the second indenter 11 are connected to an AE analyzer 9 via a comparator 12 which removes a signal equivalent to an output signal of the second indenter 11 from an output signal of the indenter 4. Only a true AE signal which is generated by peeling phenomenon of the thin film 1b is input in the AE analyzer 9. Consequently, it is possible to remove a noise signal caused by vibration of ambient equipment and facility and electromagnetic waves generated by them and measure adhesion of the thin film with high accuracy.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 01.06.1993

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 14.05.1996

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-341942

(43) 公開日 平成6年(1994)12月13日

(51) Int.Cl.⁵

G 0 1 N 19/04
3/00
29/14

識別記号

B
Q 9116-2 J
8105-2 J

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 1 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平5-152614

(22) 出願日

平成5年(1993)6月1日

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社
東京都港区芝五丁目7番1号

(72) 発明者 木村 正人

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株
式会社内

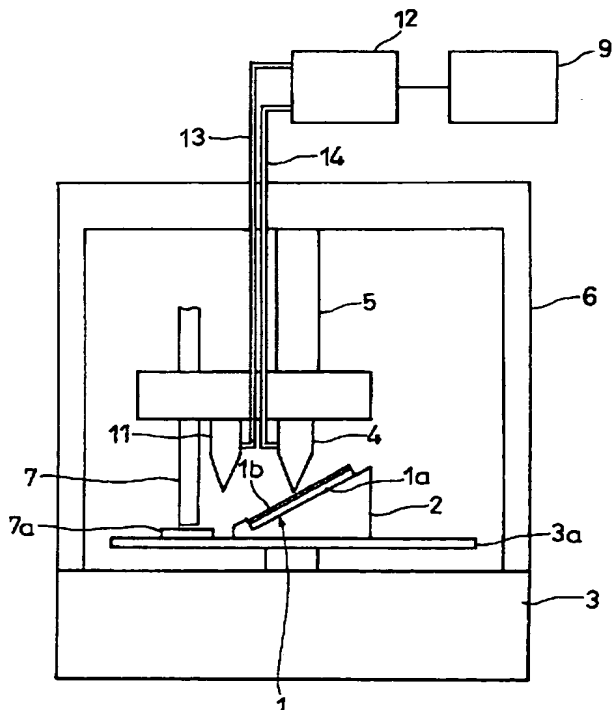
(74) 代理人 弁理士 山川 政樹

(54) 【発明の名称】 薄膜の付着力測定方法および測定装置

(57) 【要約】

【目的】 A E信号を用いて薄膜の付着力を測定する装置で精度を高める。

【構成】 薄膜1bに押し付けられるA Eセンサからなる圧子4と同構造の第2の圧子11を、薄膜1bに触れないようにして圧子4と並列に設ける。圧子4と第2の圧子11とを、圧子4の出力信号から第2の圧子11の出力信号に相当する信号を除く比較器12を介してA E解析装置9に接続した。A E解析装置9には、薄膜1bの剥離現象により生じる真のA E信号のみが入力される。このため、周囲の装置、設備の振動やそれらから発生する電磁波等に起因する雑音信号を除去可能となり、薄膜の付着力を高精度に測定することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 アコースティックエミッションを検出するセンサからなる圧子を薄膜が被覆された基板に押し付け、この圧子の出力信号を解析装置に入力して前記薄膜の付着力を測定する薄膜付着力測定装置において、前記圧子を支持する支持部材にこの圧子と同じ構造をもつアコースティックエミッションセンサを圧子と同一方向へ指向させて取付け、前記圧子とこのアコースティックエミッションセンサとを、圧子の出力信号からアコースティックエミッションセンサの出力信号に相当する信号を除く比較器を介して前記解析装置に接続したことを特徴とする薄膜の付着力測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、基板上に成膜された薄膜の基板に対する付着力をアコースティックエミッションを利用して測定する薄膜の付着力測定装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、基板上に成膜された薄膜の基板に対する付着力を測定するに当たっては、薄膜に圧子を押し当てて薄膜の構造を変化させ、そのときに生じるアコースティックエミッションを利用することが多い。なお、このアコースティックエミッション（以下、単にAEという）とは、薄膜の構造が変化するとき生じる弾性波のことである。このAEを用いて薄膜の付着力を測定する従来の付着力測定装置としては、例えば、特開昭-64-31036号公報に開示されたものがある。この従来の薄膜の付着力測定装置を図2によって説明する。

【0003】 図2は従来の薄膜の付着力測定装置を示す正面図である。同図において、1は基板1aに薄膜1bを被覆させて形成された試験片で、この試験片1は傾斜機構2を介して荷重変換器3に載置されている。傾斜機構2は試験片1を傾斜させた状態で支承する構造になっており、荷重変換器3の試料皿3a上に固定されている。なお、この荷重変換器3は電子天秤によって構成されている。

【0004】 4は前記試験片1に押し付けられてAE信号を検出する圧子である。この圧子4は、PZT（チタン酸ジルコン酸鉛圧電セラミック）AE変換子からなり、下方へ向かうにしたがって次第に細くなるよう先細り状に形成され、先端（下端）が球状に加工されている。なお、圧子4としては、ルビー、セラミック、その他の超硬材料を先端形状に加工してそれを先端部に接着して形成されたPZT AE変換子からなるものも使用されている。そして、圧子4は、下端部が上下方向に沿って移動する圧電アクチュエータからなる駆動器5の下端部に取付けられ、この駆動器5を介して装置フレーム6に支持されている。この圧子4の配置位置は前記傾斜機

構2上の試験片1と対向する位置に設定されている。

【0005】 すなわち、駆動器5によって圧子4が下方へ移動されることによって、圧子4の先端が試験片1に押し付けられる。このため、圧子4は、試験片1を押し込みによって変形させる圧子本来の機能と、試験片1の内部に発生するクラックの伝播状態を検出するセンサとしての機能とを兼ね備えることになる。

【0006】 7は前記圧子4の押し込み深さを測定するための変位計で、この変位計7は光強度型変位計からなり、ブロック8を介して前記駆動器5の下端部に支持固定されている。すなわち、この変位計7は圧子4と共に駆動器5によって上下に移動することになる。7aは変位計7からの光を反射させて変位計7へ戻すための鏡で、この鏡7aは試料皿3a上に固定されている。

【0007】 9はこの付着力測定装置を制御すると共に薄膜1bの付着力を演算して求めるAE解析装置である。このAE解析装置9はパーソナルコンピュータやCRTディスプレイ（図示せず）等を備えており、前記荷重変換器3や駆動器5に接続されると共に、前記圧子4にリード線9aを介して接続されている。そして、このAE解析装置9は、駆動器5を作動させて圧子4を試験片1に上方から押し付け、圧子4が出力するAE信号の発生数およびその振幅を測定することにより薄膜1bの剥離を検出し、そのときに荷重変換器3によって検出された押し込み荷重と、変位計7によって検出された押し込み深さから付着力を演算して求めるように構成されている。

【0008】 次に、このように構成された従来の付着力測定装置によって薄膜1bの付着力を測定する手順を説明する。まず、圧子4を上方へ移動させた状態で、基板1a上に薄膜1bが被覆された試験片1を傾斜機構2に載置させる。そして、AE解析装置9によって駆動器5を作動させ、圧子4を試験片1に押し付ける。圧子4の移動量（押し込み深さ）は変位計7によって検出され、圧子4が試験片1に加える荷重（押し込み荷重）は荷重変換器3によって検出される。

【0009】 圧子4の先端が試験片1に押し付けられると、薄膜1bに押し込みによる変形が生じる。これと共に、圧子4は基板1a、薄膜1bの内部あるいは基板1aと薄膜1bとの界面での破壊に伴うAE信号を検出するようになる。一方、AE解析装置9はこのAE信号の発生数およびその振幅を測定する。

【0010】 そして、引き続き圧子4が薄膜1bに押し込まれることによって、薄膜1bは基板1aから剥離することになる。この剥離時に薄膜1bに加えられていた力が薄膜1bの付着力に相当する。すなわち、剥離現象に伴ってAE信号の発生数や振幅が変化するので、AE解析装置9がその変化を検出し、そのときの押し込み荷重と押し込み深さから薄膜1bの付着力を算出する。従来の薄膜の付着力測定装置はこのようにして付着力を

測定していた。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】しかるに、上述したように構成された付着力測定装置では、必ずしも薄膜1bの付着力を正確に測定することはできなかった。これは、測定操作を自動化するためにパルスモータを使用したり、装置の制御を行うためにパーソナルコンピュータおよびCRTディスプレイを使用しているからであった。

【0012】すなわち、パルスモータの自己保持のための振動、ノイズや、CRTディスプレイの電磁波等に起因する雑音信号が、圧子4によって検出されたAE信号に混入してしまい、薄膜1bの剥離現象により発生するAE信号を正確に測定することができなくなってしまう。なお、上述したような雑音信号は、付着力測定装置とは別の設備から発生されたものもあった。

【0013】本発明はこのような問題点を解消するためになされたもので、AE信号を利用して薄膜の付着力を測定するに当たり、測定精度を高めることを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明に係る薄膜の付着力測定装置は、薄膜に押し付けられるアコースティックエミッションセンサからなる圧子と同構造のアコースティックエミッションセンサを、薄膜に触れないようにして前記圧子と並列に設け、前記圧子とこのアコースティックエミッションセンサとを、圧子の出力信号からアコースティックエミッションセンサの出力信号に相当する信号を除く比較器を介して付着力測定用解析装置に接続したものである。

【0015】

【作用】アコースティックエミッションセンサの出力信号は雑音信号のみであるから、付着力測定用解析装置には、圧子の出力信号から雑音信号が除かれた信号（薄膜の剥離現象により生じるAE信号）のみが入力される。

【0016】

【実施例】以下、本発明の一実施例を図1によって詳細に説明する。図1は本発明に係る薄膜の付着力測定装置を示す正面図である。同図において前記図2で説明したものと同一もしくは同等部材については、同一符号を付し詳細な説明は省略する。

【0017】図1において、11は本発明に係るアコースティックエミッションセンサとしての第2の圧子である。この第2の圧子11は、圧子4と同じ構造に形成されており、駆動器5の下端部に取付けられたブロック8を介して駆動器5に支持固定されている。このブロック8が本発明に係る支持部材を構成している。また、この第2の圧子11は、圧子4に隣接する位置であって、圧子4が試験片1に押し付けられているときにも試験片1に触れないような位置に位置づけられ、しかも、圧子4と

同一方向へ（真下へ）指向させて取付けられている。

【0018】すなわち、この第2の圧子11は、試験片1でのAE信号は検出せず、操作の自動化のために用いられるパルスモータの振動、ノイズ、CRTディスプレイの電磁波によるノイズおよび外来のノイズ等に起因する雑音信号のみを検出することになる。

【0019】12は比較器で、この比較器12の入力側には前記第2の圧子11のリード線13と、圧子4のリード線14とが接続され、出力側にはAE解析装置9が接続されている。そして、この比較器12は、圧子4の出力信号と、第2の圧子11の出力信号とを比較し、圧子4の出力信号から第2の圧子11の出力信号に相当する信号を除き、その除去後の信号をAE解析装置9へ出力するように構成されている。

【0020】次に、このように構成された本発明に係る薄膜の付着力測定装置の動作を説明する。まず、従来と同様に試験片1を傾斜機構2に載置させ、駆動器5によって圧子4を試験片1に上方から押し付ける。これと共に、圧子4は基板1a、薄膜1bの内部あるいは基板1aと薄膜1bとの界面での破壊に伴うAE信号を検出するようになる。一方、第2の圧子11は試験片1には接触しないので、前記AE信号は検出しない。

【0021】そして、比較器12には圧子4によって検出されたAE信号（このAE信号中にはパルスモータの振動、ノイズ、CRTディスプレイの電磁波によるノイズおよび外来のノイズ等に起因する雑音信号が混入されている）と、第2の圧子11によって検出された雑音信号とが入力される。このため、AE解析装置9には、圧子4が検出したAE信号から第2の圧子が検出した雑音信号を除いた真のAE信号が入力されることになる。

【0022】そして、引き続き圧子4が薄膜1bに押し込まれることによって、薄膜1bは基板1aから剥離する。この剥離現象に起因してAE信号の発生数や振幅が変化するので、AE解析装置9はその変化を検出してそのときの押し込み荷重と押し込み深さとから薄膜1bの付着力を算出する。このとき、AE解析装置9には比較器12によって前記雑音信号が除去された真のAE信号（薄膜1bの破壊に伴うAE信号）のみが入力されているので、雑音信号による影響はきわめて小さくなる。

【0023】したがって、本発明に係る薄膜の付着力測定装置では、第2の圧子11の出力信号は雑音信号のみであり、AE解析装置9には、圧子4の出力信号から雑音信号が除かれた信号（薄膜の剥離現象により生じるAE信号）のみが入力されることになる。

【0024】

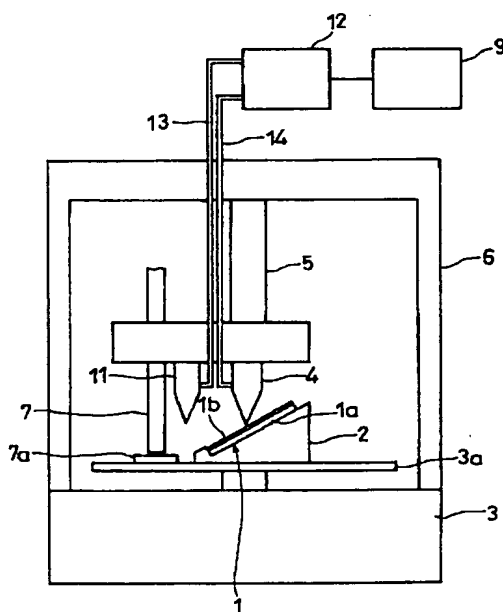
【発明の効果】以上説明したように本発明に係る薄膜の付着力測定装置は、薄膜に押し付けられるアコースティックエミッションセンサからなる圧子と同構造のアコースティックエミッションセンサを、薄膜に触れないようにして前記圧子と並列に設け、前記圧子とこのアコース

ティックエミッションセンサとを、圧子の出力信号からアコースティックエミッションセンサの出力信号に相当する信号を除く比較器を介して付着力測定用解析装置に接続したため、アコースティックエミッションセンサの出力信号は雑音信号のみであるから、付着力測定用解析装置には、圧子の出力信号から雑音信号が除かれた信号（薄膜の剥離現象により生じるAE信号）のみが入力される。

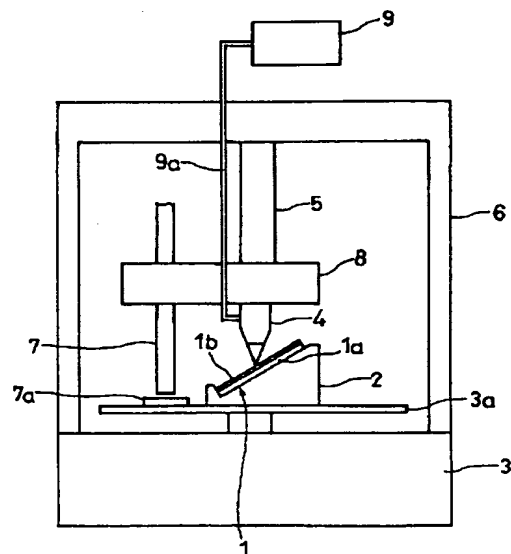
【0025】したがって、薄膜の破壊に伴うAE信号を検出するときに、周囲の装置、設備の振動やそれらから発生する電磁波等に起因する雑音信号を除去して真のAE信号のみを検出できるから、薄膜の剥離現象を高精度に検出できる。このため、薄膜の付着力を高精度に測定することができるようになる。

【図面の簡単な説明】

【図1】



【図2】



【図1】本発明に係る薄膜の付着力測定装置を示す正面図である。

【図2】従来の薄膜の付着力測定装置を示す正面図である。

【符号の説明】

- 1 試験片
- 1b 薄膜
- 3 荷重変換器
- 4 圧子
- 5 駆動器
- 7 変位計
- 9 AE解析装置
- 11 第2の圧子
- 12 比較器

【手続補正書】

【提出日】平成5年12月16日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の名称

【補正方法】変更

【補正内容】

【発明の名称】 薄膜の付着力測定方法および測定装置

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アコースティックエミッションを検出するセンサからなる圧子を薄膜が被覆された基板に押し付け、この圧子の出力信号を解析装置に入力して前記薄膜の付着力を測定する薄膜付着力の測定方法において、前記圧子を支持する支持部材にこの圧子と同じ構造をもちかつ駆動によって試験片に触れない第2の圧子を取付け、前記圧子の試験片への押しつけ付けによって検出されるアコースティックエミッション信号から第2の圧子の出力信号を比較器によって除き、この信号と押し込み荷重信号および押し込み深さ信号とを前記解析装置で演算して薄膜の付着力を測定することを特徴とする薄膜の付

着力測定方法。

【請求項2】 アコースティックエミッションを検出するセンサからなる圧子を薄膜が被覆された基板に押し付け、この圧子の出力信号を解析装置に入力して前記薄膜の付着力を測定する薄膜付着力測定装置において、前記圧子を支持する支持部材にこの圧子と同じ構造をもつアコースティックエミッションセンサを圧子と同一方向へ指向させて取付け、前記圧子とこのアコースティックエミッションセンサとを、圧子の出力信号からアコースティックエミッションセンサの出力信号に相当する信号を除く比較器を介して前記解析装置に接続したことを特徴とする薄膜の付着力測定装置。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正内容】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、基板上に成膜された薄膜の基板に対する付着力をアコースティックエミッションを利用して薄膜の付着力を測定する測定方法およびその装置に関するものである。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明に係る薄膜の付着力の測定方法およびその装置は、薄膜に押し付けられるアコースティックエミッションセンサからなる圧子と同構造のアコースティックエミッションセンサを、薄膜に触れないようにして前記圧子と並列に設け、前記圧子と

このアコースティックエミッションセンサとを、圧子の出力信号からアコースティックエミッションセンサの出力信号に相当する信号を除く比較器を介して付着力を測定するようにしたものである。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

【0015】

【作用】薄膜を押し付けない方のアコースティックエミッションセンサの出力信号は雑音信号のみであるから、付着力測定用解析装置には、圧子の出力信号から雑音信号が除かれた信号（薄膜の剥離現象により生じるAE信号）のみが入力される。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正内容】

【0024】

【発明の効果】以上説明したように本発明に係る薄膜の付着力の測定方法およびその装置によれば、薄膜に押し付けられるアコースティックエミッションセンサからなる圧子と同構造の第2のアコースティックエミッションセンサを薄膜に触れないように前記第1の圧子と並列に設け、この第1の圧子の出力信号から第2のアコースティックエミッションセンサの出力信号に相当する信号を除き付着力測定用解析装置に入力するようにしたため、第2のアコースティックエミッションセンサの出力信号は雑音信号のみであるから、付着力測定用解析装置には、圧子の出力信号から雑音信号が除かれた信号（薄膜の剥離現象により生じるAE信号）のみが入力される。